

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 52-011180

(43)Date of publication of application : 27.01.1977

---

(51)Int.Cl. B01J 13/02  
// B05D 7/00

---

(21)Application number : 50-086991 (71)Applicant : NEW JAPAN CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 17.07.1975 (72)Inventor : TANI SHOJI  
TABATA KOICHI  
TAIJI KENJI

---

(54) PROCESS OF COVERING DISPERSED PARTICLES

(57)Abstract:

PURPOSE: A process of covering dispersed particles which permits a closed system.

## CONVENTIONAL TECHNIQUE 2 (JP,S52-11180,A)

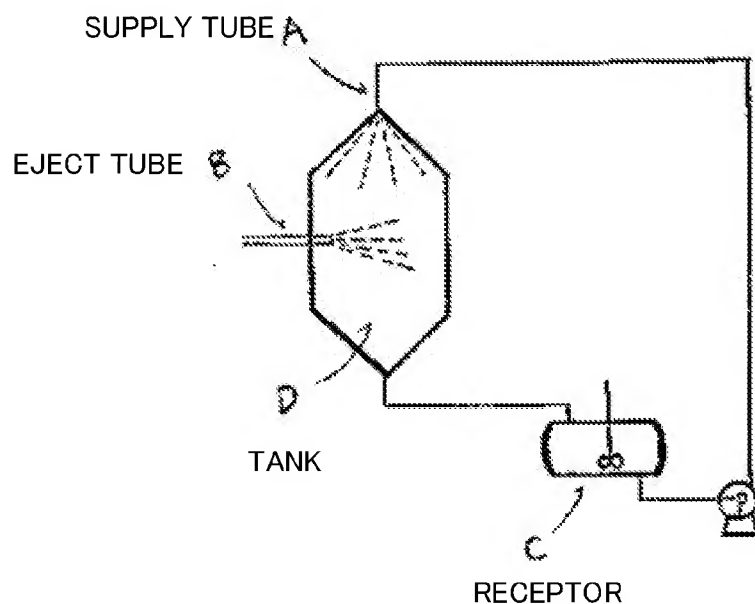


FIG. 1

Conventional technique 2 (JP,S52-11180,A)

This invention relates to a process of covering dispersed particle.

Fig.1 is a simple diagram of the device.

The controlled water (controlled to the predetermined ph or including the predetermined polyvalent metal ion) is sprayed from supply tube A into tank D. The other material is sprayed from eject tube B into tank D. These sprayed liquids drop downwardly of tank D to be received by receptor C.



(44,000)

諸

消印不明  
提出年月日不明  
出願番号

① 日本国特許庁

## 公開特許公報

① 特開昭 52 - 11180

④ 公開日 昭52.(1977) 1.27

② 特願昭 50-86991

② 出願日 昭50.(1975) 7.17

審査請求 有 (全3頁)

庁内整理番号

7433 4A  
7006 37

② 日本分類

13(7)D33  
24(7)B0

① Int. Cl<sup>2</sup>

B01J 13/02H  
B05D 7/00

特 許 願 (1)

昭和50年7月16日

特許庁長官 斉藤英雄殿

1. 発明の名称 フンサンラウレヒとフツカリ  
分散粒子の被覆方法

2. 発明者

住 所 アサヒ・レンゾ・カ・カシマ・ドラッグ  
京都市伏見区葎島矢倉町13番地

新日本理化学株式会社

氏 名

谷 昭

シ (姓名) 名

3. 特許出願人

方式  
審査

特許庁  
50.7.17  
出願番号  
50

郵便番号 612

住 所 アサヒ・レンゾ・カ・カシマ・ドラッグ  
京都市伏見区葎島矢倉町13番地

名 称 新日本理化学株式会社

代表者 取締役社長 村 井 孝 一

50 086901

明 細 書

1. 発明の名称 分散粒子の被覆方法

2. 特許請求の範囲

水溶性樹脂を溶解せしめた水溶液中に、水に不溶性の粉末状又は油状物質を分散させた原料液を、該水溶性樹脂が水不溶性となる pH に調節した水、もしくは該水溶性樹脂と反応して金属塩架橋を作り、水不溶性となる金属イオンを含む水が、シャワー状に噴霧されている状態の中に噴霧して両者を接触せしめて、該水溶性樹脂を固化して粉末状又は油状物質を被覆した粒子を得ることを特徴とする分散粒子の被覆方法。

3. 発明の詳細なる説明

本発明は水溶性樹脂の固化による分散粒子の新規なる被覆法に関する。

物質粒子の被覆は物質の外界よりの保護・変質防止・効力の持続化等の目的でよく行なわれる手段である。例えばこれまで感圧性複写紙の分野、液体香料・油脂等の分野において利用さ

れている。

従来、この目的にかなり手段として種々の方法が知られているが、それぞれ長所・短所があり更に優れた手段の出現が待たれていた。従来この方法として代表的なものを上げれば、親水性コロイドを利用するコアセルベーション法・界面重合法・スプレードライ法等であり、コアセルベーション法では良質な被膜のものが得られるかわりに操作が煩雑であり、界面重合法では油状の物質はコーティングしにくく、スプレードライ法はマスキング的ではあるが内包物を保護するのに多量の被膜材が必要といった欠点があった。

本発明者らは長年にわたる研究の結果、水溶性樹脂を溶解してなる水中にこれに不溶の物質を分散又は乳化分散した原料液(1)を水溶性高分子が固化するような条件に調節した固化水をシャワー状に噴霧しておき、この雰囲気中に(1)を、高圧ポンプ又は二流体ノズル法により微細な液滴状に噴霧すると液滴が固化水に接触すると同

時に固化し分散粒子を含んだ真球状の粒子を得る事の可能な事を発見した。本法によると、粒子中の芯物質の割合は任意に変える事が出来、適当な芯物質と被覆<sup>被覆</sup>剤の組合せを選べば液状物を見掛け上良質な粉体による事も可能である。

本法の目的にかなり水溶性樹脂としてアクリル酸-アクリル酸メチル共重合体、メタアクリル酸-ビニルエーテル共重合体、ビニルスルホン酸-ビニルエーテル共重合体、マレイン酸樹脂、酢酸フタル酸セルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート、4-ビニルピリジーン-スチレン共重合体、2-メチル-5-ビニルピリジーン-メタアクリル酸共重合体、N-ブチルマレイミド-スチレン共重合体、ポリビニルピリジン等があげられる。

これら高分子化合物は特定のpH領域では水に可溶性でかつ他の特定のpH域では不溶性となる事および特定の多価金属塩水溶液中では金属イオン架橋を生じ不溶性となり凝固し析出する。pH調節はpH緩衝液、酸、アルカリによ

(3)

別の原料液噴霧管(4)より、分散粒子を含む水溶性樹脂原料液(1)を噴霧する。この場合(1)は加圧噴霧法により50~300 kg/cm<sup>2</sup>の圧力下に噴霧してもよく、二流体ノズル法により噴霧してもよい。噴霧により微細な液滴となった(1)は、固化水に接触して固化し微粉状になると同時に装置の下部の受器(5)へ固化水とともに落下する。固化水は装置の側壁をも流下する様にしておいて微粒子が装置へ付着する事を防止するようにする。受器(5)に貯った固化水は粒子被覆が充分固化するまで攪拌を続ける。粒子が固化するに必要な時間は水のpH、金属イオンの種類、樹脂の種類によって異なるが長時間必要な場合でも1時間も攪拌すれば充分である。受器(5)に貯った固化水は粒子のみ分別しそのまま固化水として装置内へ反覆使用される。粒子は場合によっては、適当なpHに調節した水にて水洗し分別乾燥される。以上の如くして得られた粉体は流動性の良い真球状の粉末で、内包物の保護、効力持続性化、形態の変化による取扱いの容易さ

(5)

で行う事が出来又、多価金属イオンとしてはカルシューム・アルミニウム・マグネシウム・亜鉛・マンガン・鉄等の二価以上のものが使用出来る。

樹脂の種類は内包物との組合せによって決められる場合が多く、例えば内包物が酸性水に溶解する場合は、アルカリ水に溶解しかつ中性水又は中性又はアルカリ性を示す金属イオン水中で固化する様な樹脂が選ばれる。その濃度は3~20%が一般的であるが、強固な被覆大粒子径の粉体を得る目的の為に一般には高濃度程好ましい。

内包物としては一般的に樹脂の可溶な状態の水に不溶なものをならいかなるものでもよく、常温で固体状・液体状いずれも何ら制限される事はない。

本発明の実施態様を図にもとずいて説明すると、まず所定のpHに調整した水又は所定の多価金属イオンを含む水(以下固化水と称す)を供給管(4)より、シャワー状に塔(1)内に噴霧し、

(4)

等の目的の為に充分使用しうるものである。

本発明により分散物の被覆は商業的生産の場合においても完全にクローズドシステム化が可能で、従来法に比較して生産性、公害防止上秀れた特徴を有する方法である。

#### 実施例 1

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート10gを0.235規定のカセイソーダ水溶液100g中に溶解した樹脂水溶液中にジオクチルアジベート30gを加えホモキサールにより充分攪拌した後、二流体ノズル法(空気圧力4 kg/cm<sup>2</sup>、試料圧力1 kg/cm<sup>2</sup>)により、固化水(0.1規定塩酸水溶液)のシャワー状に噴霧してある塔内にスプレーした後、受器中の粒子を10分間攪拌し、次いで分別、真空乾燥した結果、平均粒子径55μ、真比重1.08のジオクチルアジベートを内包した微粒子粉体を得られた。

#### 実施例 2

酢酸フタル酸セルロース10gを0.235規

(6)

定のカセイソーダ水溶液250g中に溶解した樹脂水溶液中に4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタン40gを分散した原料液を加圧ノズル法(100kg/cm<sup>2</sup>)により、固化水(塩化カルシウム3%の水溶液)をシャワー状に噴霧してある塔内にスプレーした後、逐別乾燥し平均粒子径3.25μ、真比重0.981の4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタンを内包した微粒子粉体を得られた。

## 実施例 3

メチルアクリレート・メタアクリル酸・メチルメタクリレート共重合体10gを1%カセイソーダ水溶液120g中に溶解した樹脂水溶液中にトルエン40gを乳化分散せしめた原料液を加圧ノズル法により70kg/cm<sup>2</sup>の圧力下で、固化水(塩化マンガン5%水溶液)のシャワー状に噴霧してある塔内にスプレーし、同様処理して平均粒子径60μ、真比重0.95のトルエン内包のサラサラした微粉体を得た。

## 実施例 4

実施例1において原料液を加圧ノズル法(100kg/cm<sup>2</sup>)でまた固化水を10%硫酸アルミニウム水溶液として、その他は同様処方にて平均粒子径3.25μ、真比重1.10の微粉体を得た。

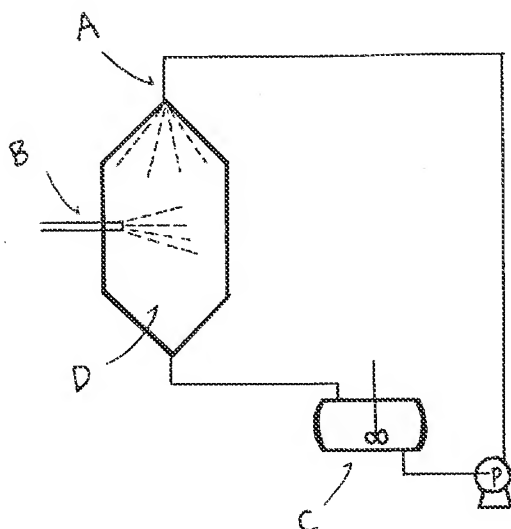
## 4. 図面の簡単な説明

図は、本発明を実施するに適した装置の概略図であり、A：固化水供給管、B：原料液噴霧管、C：受器、D：スプレー塔、P：固化水循環ポンプを表わす。

特許出願人 新日本理化学株式会社

(7)

(8)



## 4. 添付書類の目録

1) 明 細 書	1 通
2) 図 面	1 通
3) 願 書 副 本	1 通
4) 出願審査請求書	1 通

## 5. 前記以外の発明者

住 所 キョウトシ フシキウ コシノマキ グラヂョウ  
京都市伏見区藪島矢倉町13番地

シンニホンリカガク  
新日本理化学株式会社内

氏 名 タラバノキ  
田 畑 興 一

住 所 同 上

氏 名 オノチノキ  
奥 地 賢 治